

June 12, 1998 2:44pm Page 1

-1- (JAPIO)
AN - 92-028786
TI - PREPARATION OF FLUORESCENT MATERIAL FOR SCATTERING EL
PA - (2485545) NEC KANSAI LTD
IN - TAKEDA, RYOICHI; ITO, HIROYASU; KABASHIMA, SHIROU
PN - 92.01.31 J04028786, JP 04-28786
AP - 90.05.22 90JP-133281, 02-133281
SO - 92.05.11 SECT. C, SECTION NO. 938; VOL. 16, NO. 194, PG. 61.
IC - C09K-011/08; C09K-011/00; C09K-011/56
JC - 13.9 (INORGANIC CHEMISTRY--Other)
AB - PURPOSE: To prepare the subject high bright fluorescent material in high yield without requiring an etching process by calcining a mixture of ZnS, an activating agent and a co-activating agent in a reaction vessel of multi-layered structure having an outer tank for sulfur powder in the atmosphere at a high temperature.
CONSTITUTION: For example, ZnS as a raw material, Cu as an activating agent and Br as a co-activating agent are mixed with ethanol in a slurry-like state and dried at 100 Deg.C for 2 hr in an oven to prepare a raw material 1. The raw material is charged to the inner tank 4 of a double-structured crucible made of highly pure aluminum, and sulfur powder is charged to an outer tank 5 and subsequently covered. The materials are calcined in the atmosphere at 1000 Deg.C for 8 hr in a calcination oven. After the calcination, the product is immersed in an alkaline KCN aqueous solution, stirred at 50 Deg.C for 1 hr, washed with pure water, substituted with ethanol and subsequently subjected to an ultrasonic treatment. The unbound product is dried in an oven at 100 Deg.C for 2 hr and passed through a 200 meshes sieve to provide the objective fluorescent material.

TMP SS 13?

BEST AVAILABLE COPY

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A) 平4-28786

⑫ Int.Cl.⁹

C 09 K 11/08
11/00
11/56

識別記号

B
F
CPC

庁内整理番号

7043-4H
7043-4H
7043-4H

⑬ 公開 平成4年(1992)1月31日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 分散型EL用蛍光体の製造方法

⑮ 特 願 平2-133281

⑯ 出 願 平2(1990)5月22日

⑰ 発 明 者 武 田 良 一 滋賀県大津市晴嵐2丁目9番1号 関西日本電気株式会社
⑱ 発 明 名 伊 藤 博 康 滋賀県大津市晴嵐2丁目9番1号 関西日本電気株式会社
⑲ 発 明 者 榎 嶋 史 朗 滋賀県大津市晴嵐2丁目9番1号 関西日本電気株式会社
⑳ 出 願 人 関西日本電気株式会社 滋賀県大津市晴嵐2丁目9番1号

明 細 書

発明の名称

分散型EL用蛍光体の製造方法

特許請求の範囲

ZnS 分散型EL用蛍光体を製造する工程において、ZnS に付活剤、共付活剤を添加し、反応容器を用い炉内にて高温焼成する際に反応容器を多重構造とし、かつ外槽部に硫黄粉末又はZnS 等の硫化物を配設し、大気中で高温焼成することとを特徴とする分散型EL用蛍光体の製造方法。

発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は、高輝度の分散型EL用蛍光体の製造に関する。

従来の技術

従来、分散型EL用蛍光体は、ZnS に付活剤としてCuを共付活剤としてAl、Cl、Br等を添加して

B₂S₃、Ar、H₂ 又は空気等の雰囲気を通宜選択して第5図に示すような反応容器を用い炉内で高温焼成することにより製造されている。

発明が解決しようとする課題

しかし、B₂S₃ は有害ガスであるため、処理設備が必要となったり、H₂、Ar 等の不活性ガスであっても、炉内に定流量で供給するため、蛍光体の製造コストが高くなるという欠点があった。

また、空気中での焼成の場合は、蛍光体内に発光中心が形成されるとともに蛍光体表面にZnO が形成され、発光効率低下の原因となるため、それをBCl でエッチングして取り除く工程が必要であった。(特公昭59-16399号公報)

課題を解決するための手段

そこで、本発明は従来の蛍光体の製造コストに関わる課題を解決するためにZnS を空気中で高温焼成する際に反応容器を多重構造としかつ外槽部に硫黄粉末又はZnS 等の硫化物を配設し、エッチング処理を不要としたことを特徴とする分散型EL用蛍光体の製造方法である。

BEST AVAILABLE COPY

作用

蛍光体を高温焼成する際に、反応容器外槽部に硫黄粉末又はZnS粉末等の硫化物を入れておくことにより、焼成中容器内に硫黄雰囲気形成され、蛍光体表面におけるZnOの形成が抑制されるので有害なガスを使わずに又エッチング等の後処理なしに高輝度の蛍光体を得ることができる。

実施例

本発明の一例をZnS:Cu,Br系蛍光体を用いて第1図により説明する。ZnS原料粉末100gに付活剤としてCuをCu(CH₃COO)₂・H₂Oの形で1.54g(0.75mol%/ZnS)共付活剤としてBrをH₂Brの形で9.65g(9.6mol%/ZnS)添加し、エタノールを加えてスラリー状とした後、オープン内で100℃で2時間乾燥させる。

これを原料1とし、二重構造の高純度製アルミナるつば3の内槽部4に充填し、外槽部5に硫黄粉末を20g加え蓋6をし、焼成炉内にて1000℃8時間大気焼成を行う。焼成完了後炉内で冷却し、室温まで温度が下がったら外へ取り出す。

度が高い。従来の蛍光体より更に約10%輝度が高くなっているのは、従来の蛍光体はエッチング処理により、表面のZnOのみならずZnS母体も多少エッチングされるため、発光効率が低下しているものと推定される。

第3図a, b図はそれぞれ本発明および従来のエッチング処理なしによる蛍光体のX線回折パターンであり、これより本発明の蛍光体ではZnOが形成されていないことが分かる。

本発明は第1図に示す構成に限られるものではなく、第4図に示す如く、原料の上部に硫黄粉末を設けて硫黄雰囲気を形成しても良い。

また、実施例ではZnS:Cu,Br系蛍光体について説明したが、共付活剤の種類をAl, Cl, Iに変えても同様の効果が得られる。

発明の効果

以上説明したように本発明によれば、反応容器を多重構造とし、硫化物を配設して焼成中硫黄雰囲気を形成させることにより、空気中での焼成におけるエッチング工程を不要とし、加えて従来よ

焼成後の蛍光体表面には過剰のCuが硫化物として付着しているのを除去するために5wt% NaOHでアルカリ性にした10wt% CH₃COOH水溶液中に焼成後の試料を浸漬させ、50℃の温度下で1時間攪拌洗浄を行う。

次にpHが7になるまで純水で洗浄し、エタノールで置換を行い、凝集粒子をはくために超音波処理を施す。その後オープン内で100℃で2時間乾燥させ、200mesh篩いを通し、大粒子を除去して分散型E1用蛍光体を得る。

このZnS:Cu,Br蛍光体を用いてE1素子を作製し、400Hzの交流電圧で駆動させ、輝度-電圧特性を調べて従来のものと比較したのが第2図である。

従来の蛍光体でエッチング処理をしていないものは輝度が非常に低く、エッチング処理を施し、表面のZnOを取り除くことにより輝度が上がっている。本発明により作製した蛍光体では、硫黄雰囲気中で焼成が行われるため表面におけるZnO形成が抑制され、エッチング処理を施さなくても輝

りも高輝度の蛍光体が得られるという利点がある。

また、従来の空気中での焼成における蛍光体では、反応容器上部や壁部にフットルミネッセンスの弱い部分があり、中央部分だけを抽出し、使用していたが、本発明では均一な焼成が行われるため、ほとんど全ての部分が使用でき収量が大きく向上する利点もある。

図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例を説明するための反応容器の断面図である。

第2図は本発明および従来例（エッチング処理有り、無し）の蛍光体を用いて作製したE1素子における輝度と電圧との関係を示す図である。

第3図a, b図は本発明および従来例（エッチング処理無し）の蛍光体のX線回折パターンである。

第4図は本発明の他の例を示す図である。

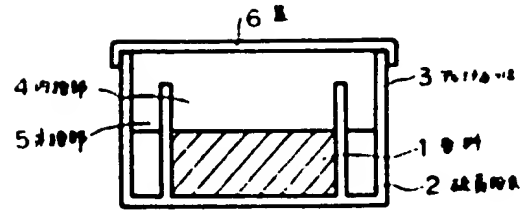
第5図は従来例を示す図である。

特開平4-28786 (9)

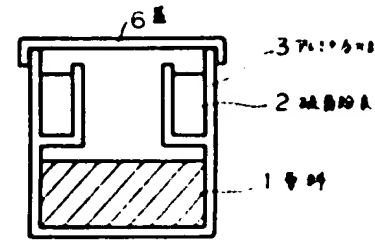
- 1…原料、
- 2…硫酸粉末、
- 3…アルミナ層、
- 4…内槽部、
- 5…外槽部、
- 6…蓋。

特許出願人

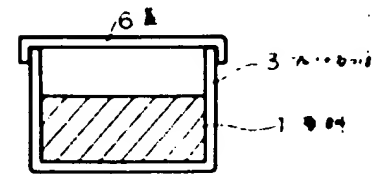
関西日本電気株式会社



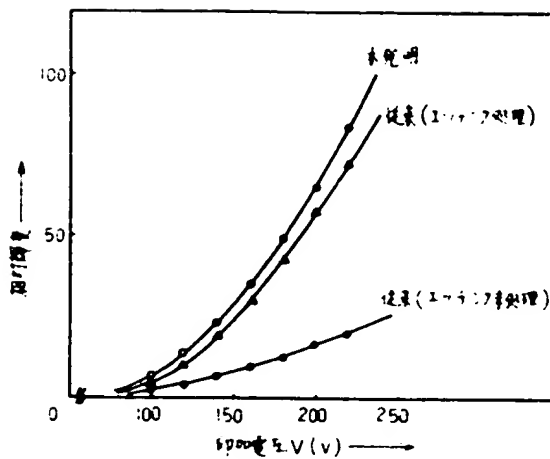
第 1 図



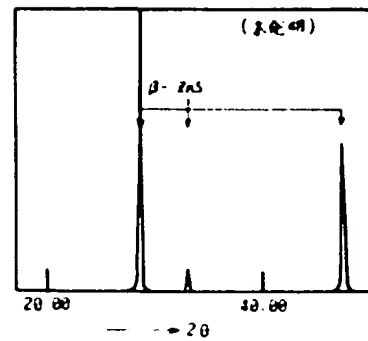
第 4 図



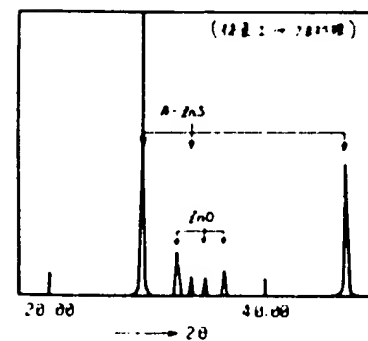
第 5 図



第 2 図



第 3 図 (a)



第 3 図 (b)

BEST AVAILABLE COPY